

# (9) BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENT- UND
MARKENAMT

# ① Offenlegungsschrift② DE 197 48 725 A 1

(2) Aktenzeichen: 197 48 725.4
 (22) Anmeldetag: 5. 11. 97

43 Offenlegungstag: 6. 5.99

# (5) Int. Cl.<sup>6</sup>: **G 01 N 21/15**

C 12 M 1/42 C 12 M 1/34 C 12 Q 1/00 B 08 B 3/10 C 12 N 13/00 A 61 L 2/02 // G01N 33/18,21/59

# (7) Anmelder:

Frank, Thomas, Dipl.-Ing., 98693 Ilmenau, DE; Kurz, Tilmann, 34134 Kassel, DE; Muth, Daniela, 39221 Biere, DE; Schilling, Cornelius, Dr., 98527 Suhl, DE

## (72) Erfinder:

Frank, Thomas, Dipl.-Ing., 98693 Ilmenau, DE; Kurz, Tilmann, 34134 Kassel, DE; Muth, Daniela, 39221 Biere, DE; Schilling, Cornelius, Dr., 98527 Suhl, DE; Keoshkeryan, Ruben, Dr.-Ing., 98693 Ilmenau, DE

(5) Für die Beurteilung der Patentfähigkeit in Betracht zu ziehende Druckschriften:

DE	196 14 240 C1
DE	42 20 205 C1
DE	195 41 417 A1
DE	43 33 560 A1
DE	38 37 557 A1
DE	38 22 451 A1
CH	6 36 200 A5
GB	16 04 691

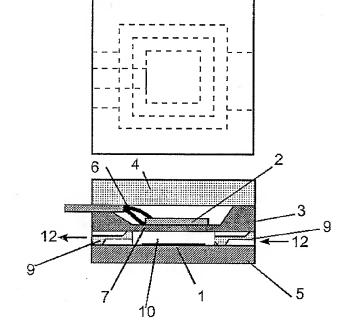
US 40 92 858 WO 97 27 005 A1

SCHINDLER, J.G., u.a.: Langlebige β-D-Glucoseund L-Lactat-Biosensoren für kontinuierliche Durchflußmessungen zur "fouling"-resistenten und selektivitätsoptimierten Serum- und Hämoanalytik. In: Eur. J. Clin. Chem. Clin. Biochem., Vol.32, 1994, S.599-608; FLEMMING, Hans-Curt: Biofilme und Wassertechnologie, Teil III: Bekämpfung unerwünschter Biofilme. In: Wasser, Abwasser, gwf, 133, 1992, S.298-310;

Chemical Abstract, Vol.124, 1996, Ref. 31361b; JP 08141574 A.,In: Patent Abstracts of Japan;

### Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

- (3) Verfahren und Vorrichtung zur Reinigung und Bewuchsverhinderung der Meßflächen von in Fluiden befindlichen Sensoren
- Werfahren und Vorrichtung zur Reinigung und Bewuchsverhinderung der Meßflächen von in Fluiden befindlichen Sensoren, dadurch gekennzeichnet, daß Longitudinalwellen über die dem Meßmedium identische Reinigungsflüssigkeit mit der Sensorschicht (1) während ihres Einsatzes im Meßmedium mechanisch wechselwirken, so daß die Haftkräfte der auf der Sensorschicht (1) befindlichen Ablagerungen oder Bewuchses überwunden werden und neue Ablagerungen oder Bewuchs vermieden werden, wobei die Sensoren und die Longitudinalwellenquelle (2 und 7) eine körperliche Einheit bilden, ohne den Austausch des im Bereich der Sensorschicht befindlichen Meßmediums entscheidend zu behindern. (Antifouling, Verblockungs- oder Biofilmverhinderung)



I

#### Beschreibung

Die kostengünstige und aussagekräftige Erfassung von Daten in der Umwelt und in biologischen Systemen erfordert hohe Standzeiten der Sensoren bei hinreichender Zuverlässigkeit. Die Anwendungsgebiete klassischer und neuartiger Sensorprinzipien multiparametrischer Aufnahme wären:

Meeresmonitoring, Trink- und Abwasseranalytik, limnologische Forschung, Bioprozeßmeßtechnik und Intrakorporale Diagnostik. Erfahrungen zeigen, daß innerhalb kurzer Zeit die Funktion der Sensoren durch Verschmutzung und zellulärem Bewuchs beeinträchtigt wird.

Um diesen unerwünschten Erscheinungen entgegenzuwirken, werden zur Zeit folgende Maßnahmen ergriffen:

- 1. Mechanische Reinigung der Sensoren mittels manuellem oder automatischem Kratzen, Bürsten oder Schaben; nachteilig ist, daß hierbei empfindliche Sensoroberflächen zerstört werden können. Ein weiterer 20 Nachteil sind die Kosten und Nutzungsausfälle, die beim Bergen und Reinigen der Sensoren entstehen.
- 2. Chemische Bewuchsverhinderungsmittel: Hierzu werden die Sensoroberflächen permanent oder zyklisch mit bewuchshemmenden Substanzen um strömt, die jedoch die zu messenden Parameter des Mediums selbst ändern oder Querempfindlichkeiten des Sensors auslösen können. Insbesondere ist der Einsatz problematisch, wenn das zu messende Wasser, z. B. in der Lebensmittelindustrie, nicht durch solche Substanzen verunreinigt werden darf.

Das Patent DE 38 22 451 C2 bezieht sich auf den Effekt der Substrathemmung des Stoffwechsels spezifischer Zellarten und ist somit in natürlichen Medien mit höherer Diversität nicht realistisch.

- 3. Bestrahlung der Sensoren mit energiereicher Strahlung, wie z. B. UV-Licht. Nachteilig bei der Bestrahlung ist der hohe Energieaufwand, sowie Beeinflussung des Sensorsignals durch die Strahlung.
- 4. Einwegsensoren, welche nach dem Revolverprinzip 40 automatisch getauscht werden oder durch Freigabe frischer Sensorflächen: solche Lösungen sind teuer, außerdem erfordert das eine aufwendige Bevorratung der Sensoren, bzw. eine anfällige Mechanik.
- 5. Geborgene Sensoren können wie andere feine 45 Strukturen in Ultraschall-Bädern gereinigt werden, was einen höheren personellen und instrumentellen Aufwand erfordert.

Zusammenfassend kann gesagt werden, daß die kontinu- 50 ierliche Freihaltung von Sensormeßflächen bisher nicht zufriedenstellend gelöst ist.

Der im Patentanspruch 1 angegebenen Erfindung liegt das Problem zugrunde, die in wässerigen Lösungen befindlichen Sensormeßflächen während ihres Einsatzes frei von zellulä- 55 rem Bewuchs oder anderen sensorfremden Bedeckungen zu halten, wobei durch die Reinigung oder Freihaltung keine Änderung des Meßmediums oder Verfälschungen des Sensorsignals auftreten dürfen. Ferner ist eine Bergung mit anschließender Reinigung aufgrund der Unterbrechung des 60 Meßzyklus oder des hohen personellen Einsatzes nicht zulässig. Eine weitere Aufgabe ergibt sich aus der Herstellung von Sensoren und Longitudinalwellenquelle, also des gesamten Systems. Zur kostengünstigen Herstellung einer großen Anzahl dieser Systeme soll eine integrierte Fertigung 65 erfolgen. Dies beinhaltet die mikrotechnische Herstellung aller Komponenten oder zumindestens einiger Teile. Eine weitere Integration kann durch die Verbindung mikrome2

chanischer, mikrosensorischer und mikroelektronischer Komponenten erreicht werden. Hierzu sind einander kompatible Werkstoffe und Fertigungsverfahren einzusetzen.

Erfindungsgemäß erfolgt die Lösung der Aufgabe bezüglich des Verfahrens und der Vorrichtung durch die kennzeichnenden Merkmale des Patentanspruches 1. Eine vorteilhafte Ausstattung der Erfindung ist in Patentanspruch 7 angegeben. Die Weiterbildung nach Patentanspruch 7 ermöglicht es durch geeignete Formgebung der Meßkammer bei Einwirkung der Schwingungsenergie einen gerichteten Volumenstrom entstehen zu lassen, eine Pumpwirkung, welche den Flüssigkeitsaustausch begünstigt. Das Wesen der hier dargestellten Erfindung besteht in der körperlichen Einheit von Sensorelement und reinigungsaktiver Struktur und in besonderen Fällen einer Pumpe. Die mit der Erfindung erzielten Vorteile bestehen insbesondere darin, daß

- der Sensor zum Reinigen nicht mehr geborgen werden muß
- Langzeituntersuchungen ohne Wartung des Sensors ermöglicht werden
- keine Beeinflussung der Meßwerte oder des Meßmediums durch Fremdstoffe stattfindet sowie
- die Sensoreinheit sehr kompakt ist und im Betrieb energiesparend arbeitet.

Sensor und Reinigungsvorrichtung bilden eine Einheit, wodurch

- integrierte Fertigung von Sensor und Longitudinalwellenquelle mit Hilfe der Mikrotechnik und die
- Möglichkeit der Integration von mikroelektronischen Komponenten durch die in der Mikroelektronik verwendeten Werkstoffe besteht.

Drei Ausführungsbeispiele sind in den folgenden Zeichnungen dargestellt und werden im folgenden näher beschrieben.

Es zeigen:

**Fig.** 1 eine Ausführung, bei der das Sensorelement fest mit dem Schwingungserreger verbunden ist, wodurch es direkt in mechanische Schwingungen versetzt wird.

**Fig.** 2 eine Ausführung, bei der das Sensorelement gegenüber dem Schwingungserreger angeordnet ist, wodurch es in den Einflußbereich des Ultraschalls kommt.

Fig. 3 eine Ausführung mit integrierten passiven Ventilen zur Erzeugung eines gerichteten Volumenstroms.

Die in Fig. 1 dargestellte Vorrichtung zeigt eine Sensormeßfläche 1, welche auf einer schwingungsfähigen Membran 7 befestigt ist. Der Schwingungserreger (2 und 7) besteht aus einer Piezokeramik 2, welche stoffschlüssig mit der Membran 7 verbunden ist. Mit der Abdeckplatte 4 wird der Schwingungserreger (2 und 7) hermetisch dicht verschlossen. Über Zuführungen 6 wird die Piezokeramik elektrisch gespeist. Das Trägersubstrat 3 verbindet die Membran 7 mit der Abdeckplatte 4 unter Belassung eines Hohlraums für die Piezokeramik 2. Die Membran 7, bestehend aus Silizium, ist durch naßchemisches anisotropes Ätzen hergestellt

Die in Fig. 2 dargestellte Vorrichtung zeigt eine Sensormeßfläche 1 auf einem nicht mit schwingendem Basissubstrat 5. Über der Sensormeßfläche 1 ist der Schwingungserreger (bestehend aus der Einheit von Piezokeramik 2 und Membran 7) angeordnet. Der Schwingungserreger (2 und 7) ist über die Distanzstücke 8 mit dem Basissubstrat 5 verbunden, so daß eine von der Meßflüssigkeit durchströmte Meßkammer 10 entsteht. Um einen guten Flüssigkeitsaustausch zu gewährleisten, können im Basissubstrat 5 Durchbrüche

3

11 angeordnet sein. Der Schwingungserreger (2 und 7) ist entsprechend der Vorrichtung in Fig. 1 aufgebaut und abgedichtet.

Die in **Fig.** 3 dargestellte Vorrichtung zeigt ein leicht variierte Anordnung nach **Fig.** 2, nur werden anstatt der Distanzstücke **8** zwei passive Ventile **9** verwendet, welche die Meßkammer **10** mit dem Meßmedium verbinden. So ist eine Vorzugsströmungsrichtung **12** vorgegeben. Die Ventile **9**, bestehend aus Silizium, sind durch naßchemisches anisotropes Ätzen hergestellt.

#### Wirkungsweise

#### Zu Fig. 1:

Die Sensormeßfläche 1 wird durch den Schwingungserreger 15 (2 und 7) in Schwingungen versetzt. Durch die elektrische Ansteuerung der Piezokeramik 2 verbiegt sich die Membran 7, wandelt so die elektrische Energie in mechanische und überträgt diese auf die Flüssigkeit. Das Trägersubstrat 3 dient zur Aufnahme der Membran 7 und der Durchführung 20 der elektrischen Zuführung zur Piezokeramik 6. Es bildet mit der Abdeckung 4 einen hermetisch dichten Raum und schützt so die Piezokeramik 2 und die elektrischen Anschlüsse vor der Meßflüssigkeit. Die gesamte Baugruppe kann so vollständig vom Meßmedium umgeben werden. 25 Der Schwingungserreger (2 und 7) kann so ausgelegt werden, daß die benötigte Frequenz der Longitudinalwellen einer Eigenresonanz des Systems entsprechen. Mit Hilfe der eingebrachten (Schwingungs-)Energie werden die Haftkräfte der auf der Sensormeßfläche 1 befindlichen Ablage- 30 rungen oder Bewuchses überwunden, womit die Sensormeßfläche gereinigt wird und neue Ablagerungen oder neuer Bewuchs vermieden wird. Die Einwirkdauer, Frequenz und Amplitude ist so zu wählen, daß die Verblockung oder Biofilmbildung effektiv verhindert wird. Die Meßwert- 35 aufnahme kann kontinuierlich oder diskontinuierlich erfolgen, z. B. in den Reinigungspausen, um eventuelle Wechselwirkungen gänzlich auszuschließen. Weiter ist es möglich, die Einwirkdauer von den Reinigungserfolg abhängig zu machen. Der Erfolg der Reinigung kann über eine Meßwert- 40 drift oder über einen nicht näher bezeichneten Bewuchsindikator ermittelt werden. So kann die Transmission einer transparenten Scheibe gemessen werden, welche sich mit zunehmenden Bewuchs vermindert.

#### Zu Fig. 2:

Wenn eine Bewegung der Sensormeßfläche 1 nicht zulässig ist, kann, wie in Ausführung Fig. 2, Schwingungserreger (2 und 7) und Sensormeßfläche 1 räumlich getrennt werden. Durch die Distanzstücke 8 wird die auf dem Basissubstrat 5 befindliche Sensormeßfläche 1 in einem konstantem Abstand zum Schwingungserreger gehalten. Durch die Freiräume zwischen den Distanzstücken 8 kann die Meßflüssigkeit in die Meßkammer gelangen. Durch die Durchbrüche 11 kann der Flüssigkeitsaustausch zusätzlich erhöht werden. Die Ansteuerung und das Verfahren sind entsprechend Fig. 55 1. Hierbei vermittelt die Meßflüssigkeit die Wirkung des Schwingungserregers auf die ihm gegenüberstehende Sensormeßfläche 1.

#### Zu Fig. 3:

Zur Erhöhung des Flüssigkeitsaustausches kann anstelle der 60 Distanzstücke 8 eine Ventilanordnung, bestehend aus mindestens zwei passiven Ventilen 9, verwendet werden, welche eine Vorzugsströmungsrichtung 12 erzeugt. Die treibende Kraft hierfür ist der Schwingungserreger (2 und 7). Die Ansteuerung und das Verfahren sind entsprechend Fig. 65

Bezugszeichenliste

- 1 Sensormeßfläche
- 2 Piezokeramik
- 5 3 Trägersubstrat
- 4 Abdeckungsplatte
  - 5 Basissubstrat
  - 6 Elektrische Zuführung zur Piezokeramik
  - 7 Membran
- 0 8 Distanzstück
  - 9 Passives Ventil
  - 10 Meßkammer
  - 11 Durchbruch
  - 12 Vorzugsströmungsrichtung

#### Patentansprüche

- 1. Verfahren und Vorrichtung zur Reinigung und Bewuchsverhinderung der Meßflächen von in Fluiden befindlichen Sensoren, **dadurch gekennzeichnet**, daß Longitudinalwellen über die dem Meßmedium identische Reinigungsflüssigkeit mit der Sensorschicht während ihres Einsatzes im Meßmedium mechanisch wechselwirken, so daß die Haftkräfte der auf der Sensorschicht befindlichen Ablagerungen oder Bewuchses überwunden werden und neue Ablagerungen oder Bewuchs vermieden werden, wobei die Sensoren und die Longitudinalwellenquelle eine körperliche Einheit bilden, ohne den Austausch des im Bereich der Sensorschicht befindliche Meßmediums entscheidend zu behindern.
- 2. Verfahren und Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Longitudinalwellen, insbesondere im Ultraschallbereich, durch ein Piezoelektrischen Antrieb erzeugt werden.
- 3. Verfahren und Vorrichtung nach Anspruch 1 und 2, dadurch gekennzeichnet daß Frequenz, Amplitude und Einwirkdauer so gewählt werden, daß die Verblockung oder die Biofilmbildung effektiv verhindert werden.
- 4. Verfahren und Vorrichtung nach Anspruch 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Einwirkung der Longitudinalwellen kontinuierlich oder diskontinuierlich erfolgt, wobei die Meßwerte in der Einwirkungspause oder permanent aufgenommen werden können.
- 5. Verfahren und Vorrichtung nach Anspruch 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Einwirkdauer vom Erfolg des Reinigungsvorgangs bestimmt wird, welcher über die Meßwertdrift oder einen Bewuchsindikator ermittelt wird.
- 6. Verfahren und Vorrichtung nach Anspruch 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß sich der Schwingungserreger neben, über oder unter der Sensorschicht befindet wobei Resonanzeffekte des Systems ausgenutzt werden können.
- 7. Verfahren und Vorrichtung nach Anspruch 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß durch die Formgebung der Meßkammer bei Einwirkung der Schwingung ein gerichteter Volumenstrom entsteht.
- 8. Verfahren und Vorrichtung nach Anspruch 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß die körperliche Einheit bestehend mindestens aus dem Sensor und die Longitudinalwellenquelle mikrotechnisch hergestellt werden.
  9. Verfahren und Vorrichtung nach Anspruch 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß als Grundwerkstoff für mechanisch aktive und passive Teile Silizium oder ein anderer mit der Mikroelektronik kompatibler Werkstoff verwendet wird, wobei die mikroelektronischen und sensorischen Elemente in dem selben Grundwerk-

stoff integriert werden können.
10. Verfahren und Vorrichtung nach Anspruch 1 bis 9,
dadurch gekennzeichnet, daß durch die hermetische
Abdichtung aller stromführenden Komponenten ein
vollständiges Eintauchen in das Meßmedium möglich
ict

Hierzu 1 Seite(n) Zeichnungen

- Leerseite -

Nummer: Int. Cl.<sup>6</sup>: Offenlegungstag: **DE 197 48 725 A1 G 01 N 21/15**6. Mai 1999

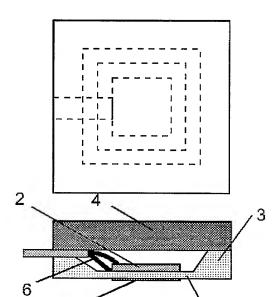


Fig. 1

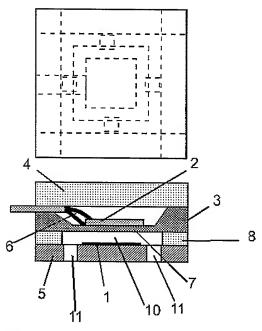


Fig. 2

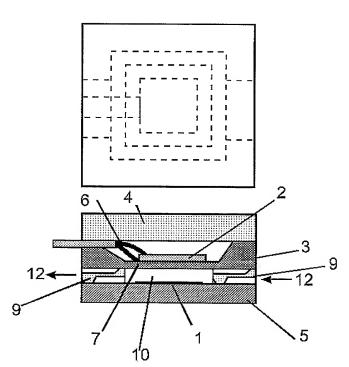


Fig. 3